

WEST

Generate Collection

Print

L1: Entry 1 of 2

File: JPAB

Oct 27, 1989

PUB-NO: JP401270596A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01270596 A

TITLE: DEPOSITION OF DIAMOND COATING FILM

PUBN-DATE: October 27, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

IIO, SATOSHI

WATANABE, SHOICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NGK SPARK PLUG CO LTD

APPL-NO: JP63095271

APPL-DATE: April 18, 1988

US-CL-CURRENT: 427/577

INT-CL (IPC): C30B 29/04

ABSTRACT:

PURPOSE: To increase the number of diamond crystal nuclei deposited at the initial stage of reaction, reduce the particle size of the deposited diamond film and improve the uniformity and adhesivity of the film by oscillating a substrate at high frequency in the formation of a diamond coating film on the surface of the substrate.

CONSTITUTION: A diamond coating film is deposited on a surface of a substrate by using a carbon source gas such as methane, acetone or carbon monoxide preferably in combination with hydrogen gas and activating the gas by plasma discharge with a thermionic emission material or by high-frequency or microwave irradiation while oscillating the hot substrate usually at a frequency of 15kHz and an output of 1-500W.

COPYRIGHT: (C)1989, JPO&Japio

WEST[Help](#)[Logout](#)[Main Menu](#) [Search Form](#) [Result Set](#) [Show S Numbers](#) [Edit S Numbers](#)[First Hit](#)[Previous Document](#)[Next Document](#)[Full](#) [Title](#) [Citation](#) [Front](#) [Review](#) [Classification](#) [Date](#) [Reference](#) [Claims](#) [KMC](#)**Document Number 123**

Entry 123 of 133

File: DWPI

Oct 27, 1989

DERWENT-ACC-NO: 1989-360814

DERWENT-WEEK: 198949

COPYRIGHT 2000 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Diamond film formation on base member - uses e.g. electronic device, gaseous carbon source activated by e.g. plasma discharge, with ultrasound to vibrate base member

PATENT-ASSIGNEE: NGK SPARK PLUG CO LTD[NITS]

PRIORITY-DATA:

APPL-NO

APPL-DATE

1988JP-0095271

April 18, 1988

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 01270596 A

October 27, 1989

N/A

006

N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

APPL-DESCRIPTOR

JP01270596A

April 18, 1988

1988JP-0095271

N/A

INT-CL (IPC): C30B 29/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP01270596A

BASIC-ABSTRACT:

Diamond film formation on a base member uses e.g. tool or electronic device, with material gas contg. carbon, e.g. methane, acetone or CO, which is activated by irradiation with thermoelectrons, high frequency wave or plasma discharge by microwave. The base member is vibrated by ultrasonic wave having frequency in the range of 15-50 KHz and power in the range of 1-500 watt.

ADVANTAGE - Since surface of the member is activated film composed of fine particles of diamond to the member can be obtd.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP01270596A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/6

DERWENT-CLASS: L02 L03

CPI-CODES: L02-F05; L02-H04; L03-J;

[Main Menu](#) [Search Form](#) [Result Set](#) [Show S Numbers](#) [Edit S Numbers](#)[First Hit](#)[Previous Document](#)[Next Document](#)

⑫ 公開特許公報(A)

平1-270596

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)10月27日

C 30 B 29/04

8518-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 ダイヤモンド被膜の析出形成方法

⑯ 特 願 昭63-95271

⑰ 出 願 昭63(1988)4月18日

⑱ 発 明 者 飯 尾 聡 愛知県名古屋市長徳区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内

⑲ 発 明 者 渡 辺 正 一 愛知県名古屋市長徳区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内

⑳ 出 願 人 日本特殊陶業株式会社 愛知県名古屋市長徳区高辻町14番18号

㉑ 代 理 人 弁理士 石黒 健二

明 細 書

1. 発明の名称

ダイヤモンド被膜の析出形成方法

2. 特許請求の範囲

1) 炭素源ガスを含み、熱電子放射材または高周波もしくはマイクロ波によるプラズマ放電などによって活性化された原料ガス中に、加熱基体を置くことによって、前記基体の表面にダイヤモンド被膜を析出形成する方法において、

前記基体を高い振動数で振動させながら成膜することを特徴とするダイヤモンド被膜の析出形成方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、切削工具などの工具、ヒートシンクなど電子部材等の基体の表面に、気相合成法によりダイヤモンド被膜を析出形成(成膜)させる方法に関する。

〔従来の技術〕

炭素源を含む原料ガスを、熱電子放射材、高周波によるプラズマ放電、マイクロ波によるプラズマ放電などにより加熱して活性化し、この雰囲気中に基体を配してその表面にダイヤモンド被膜を析出形成する方法が知られている。また、この方法においては、基体の表面に前処理を施して表面を活性化し、反応初期に析出するダイヤモンド結晶核の増加を図るとともに、析出したダイヤモンドの被覆層と基体との密着性を高めることが試みられている。(特開昭60-86096号公報、同60-204695号公報、同61-52363号公報、同62-226889号公報など)

〔発明が解決しようとする課題〕

しかるに、上記従来の方法は、いずれも反応初期に基体表面の微細な突起にダイヤモンド結晶核を析出させるものであり、通常この微細な突起を均一に基体表面に形成することは困難である。このため、反応初期に析出するダイヤモンド結晶核の形成が基体表面で不均一となり、析出形成した

ダイヤモンド被膜は製品間でばらつきが大きいという欠点があった。また、上記前処理を行うと未処理のものよりは改善されるものの、なお核発生が不十分であり、その結果、得られるダイヤモンド被膜の結晶粒径は $5\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ と大きく不均質であり、また、核の密着性も不十分なものであった。

本発明者は、上述のような観点から各種基板上に均質で密着性の優れたダイヤモンド被膜を形成すべく研究を行った結果、基材の表面にダイヤモンド被膜を形成する際に、前記基材を高い振動数により振動させながらダイヤモンド被膜の形成を行うと、反応初期に析出するダイヤモンド結晶核が著しく増大し、その結果、得られるダイヤモンド被膜が均質微粒化し、密着性の優れたものになるという知見を得た。

〔発明の目的〕

この発明の目的は、反応初期に析出するダイヤモンド結晶核の形成が基体表面で均一となり、析出形成したダイヤモンド被膜は、製品間でのばら

つきが小さくできるダイヤモンド被膜の析出形成方法の提供にある。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成するため、この発明は、炭素源ガスを含み、熱電子放射材または高周波もしくはマイクロ波によるプラズマ放電などによって活性化された原料ガス中に、加熱基体を置くことによって、前記基体の表面にダイヤモンド被膜を析出形成する方法において、前記基体を高い振動数で振動させながら成膜する構成を採用した。

炭素源ガスとしては例えばメタン、エタン、アセチレン等の各種炭化水素、アセトン等のケトン類、エタノール等のアルコール類、炭酸ガス、一酸化炭素を使用することができる。就中、メタン、アセトン、一酸化炭素が好ましく、また、上記炭素源ガスと水素との併用が好ましい。水素との併用によって非ダイヤモンド成分の析出を抑制し、ダイヤモンドが析出しやすくなる。なお、原料ガスにはアルゴン等の不活性ガスを混入させても支障ない。

- 3 -

基板を振動させる条件は基板の形状、固有振動数により変化するが、通常の周波数は15キロヘルツから50キロヘルツ、出力は1ワットから500ワットである。周波数が15キロヘルツより小さいかまたは出力が1ワットより小さいとダイヤモンド核生成の促進に効果のない場合がある。また、周波数が50キロヘルツを超えるかまたは出力が500ワットを超えても出力増大に対応する効果が得られない。

〔発明の作用および効果〕

本発明の方法によれば、基体を振動させることにより基体表面を常に活性の高い状態に維持することができる。よって振動させながらダイヤモンド被膜を析出形成することにより、ダイヤモンド被膜が均質微粒化して、密着性の優れたものになる。また、反応初期に析出するダイヤモンド結晶核が著しく増大し、その結果、微結晶からなる均一性の高いダイヤモンド皮膜を迅速に形成できる。

〔実施例〕

本発明の方法を一実施例により具体的に説明す

- 4 -

る。

第1図はマイクロ波によるプラズマ放電によってダイヤモンド被膜を析出させる析出形成装置100を示す。この装置100は、炭素源ガスを含む原料ガスが導入される石英製反応容器1と、容器内に基体10を設置するための設置台2と、該設置台2付近の原料ガスを活性化させるためのマイクロ波によるプラズマ放電発生装置3と、該設置台2に振動を伝える超音波振動子4を備えている。

反応容器1は円筒を立てた形状を有し、天板11の中央には原料ガス導入口12が設けられ、壁面13の下部には原料ガスの排出口14が設けられている。また、底板15にはダイヤフラム16が用いられている。設置台2は前記容器1内の中央に配された台板21と、その下面中心を支え、前記底板15を貫通して設けられた支柱22とからなる。設置台2の上に本実施例では基板である基体10が設置される。また、支柱22の下端には超音波振動子4が備えられている。

- 5 -

- 6 -

プラズマ放電発生装置3は、反応容器1の中央外周部に設けられた導波管31と、その一端に取付けられた発振器32とからなり、導波管31の他端には発振器32と対向してプラズマ調整用ブランジャ33が取付けられている。

次に析出形成装置100の作用を説明する。

超合金からなる基体(10×10×5mm)10を反応容器1内の設置台2の台板21上に設置する。反応容器1内への原料ガス流量をメタンガス0.5sccmと水素ガス99.5sccmに設定し、天板11に設けた原料ガス導入口12から原料ガスを流入し、一方壁側13の下部にある原料ガスの排出口14から排気して、反応容器1内の圧力を50Torrに保持する。この状態で反応容器1の中央外周部に設けた発振器32から導波管31を介して放射された、例えば周波数2,450メガヘルツ、出力500ワットのマイクロ波を、プラズマ調整用ブランジャ33によって調整し、基体10の周囲にマイクロ波によるプラズマ放電を発生させる。そして、基体10を超音波

振動子4によって周波数20キロヘルツ、出力50ワットで設置台2を介して振動させると共に、プラズマ放電によって原料ガスの加熱活性化と基体表面温度を上昇させる。このプラズマ放電により基体表面付近の原料ガスは活性化を促進され、基板表面にダイヤモンド皮膜が形成される。この状態で基体温度を900℃に設定し、6時間の成膜を行い、基体10上にダイヤモンド皮膜を形成させた。

第2図は基体10を超音波振動子4で振動させながらダイヤモンド皮膜を成膜させた状態を示す。設置台2を実線Aに示すように上下振動させることにより、第3図に示す如く、基体10上には微結晶からなる粒子10aが均一に形成され、密着性に優れた隙間の少ない均一な膜が形成された。

第4図は実施例と比較するため、上記実施例の条件で基体10を超音波振動子4で振動させない以外は、上記実施例と同様にしてダイヤモンド皮膜を形成させた場合のダイヤモンド層を示す。基体10上には、大小の粒子10aからなる不均一

- 7 -

な粒子が形成され、隙間の多い膜が形成された。

この結果、超音波振動子4で振動させた基体10の被覆層を電子顕微鏡で観察したところ平均粒径1μmの微結晶からなる厚み5μmの密着性に優れた均一膜が基体10上に形成された。しかし、超音波振動子4で振動させない基体10の被覆層を電子顕微鏡で観察したところ粒径3μmから10μmの不均一な粒子からなる膜が形成されている。

上記の如く本発明によれば、基体10の基体表面は、超音波振動子4からの振動作用により基体表面が圧縮および伸張を受けて活性化するので、反応初期におけるダイヤモンド結晶核が著しく増大し、その結果、微結晶からなる均一性の優れた粒子が形成されるので精度の高いダイヤモンド被膜が形成できる。

他の実施例としては、第5図に示す熱電子放射材方法、第6図に示す高周波によるプラズマ放電方法がある。

第5図の熱電子放射材方法は、容器51内にあ

- 8 -

る設置台2の上に基体10を設置して原料ガスを導入口12から流入し、熱電子放射材52を通して排出口14から排出し、所定圧力に保ち、熱電子放射材52を加熱する。この加熱により原料ガスの加熱活性化と基体表面の温度を上昇させ、基体10の表面にダイヤモンド被膜を析出形成させる。

第6図の高周波によるプラズマ放電方法は、容器61内にある設置台2の上に基体10を設置して原料ガスを導入口12から流入し、一方から排出し、所定圧力に保ち、容器の中央外周部に設けた高周波コイル62に所定の周波数と所定の出力で基体10の周囲にプラズマ放電を発生させる。このプラズマ放電によって原料ガスの加熱活性化と基体表面の温度を上昇させ、基体10の表面にダイヤモンド被膜を析出形成させる。

これら他の実施例も第1実施例と同様効果が得られる。なお、上記実施例では基体として基板を用いているが、チップなどの工具、スピーカの振動板などであっても良い。

4. 図面の簡単な説明

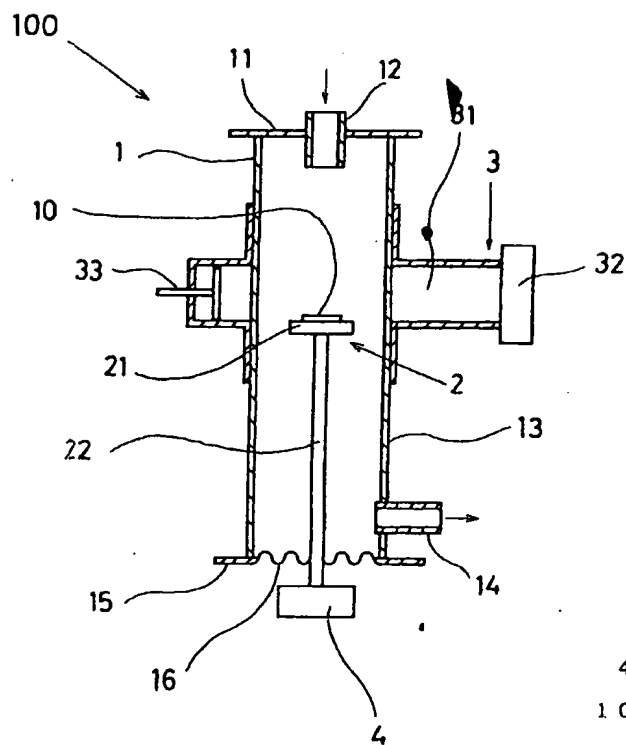
第1図は本発明の一実施例を示すマイクロ波によるプラズマ放電によってダイヤモンド被膜を析出させる析出形成装置の正面概略図、第2図はその要部の拡大図、第3図は本実施例による基体表面の拡大図、第4図は比較例による基体表面の拡大図、第5図は本発明の他の実施例にかかるダイヤモンド被膜析出形成装置の正面概略図、第6図はさらに他の実施例にかかるダイヤモンド被膜析出形成装置の正面概略図である。

図中 4…超音波振動子 10…基体 32…
 発振器 52…熱電子放射材 62…高周波コイ
 ル

代理人 石 黒 健 二

- 11 -

第 1 図

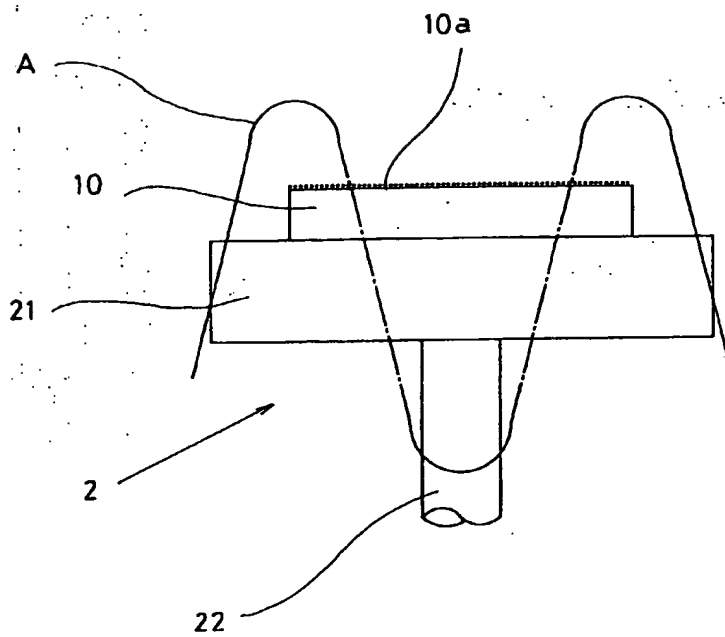


4…超音波振動子

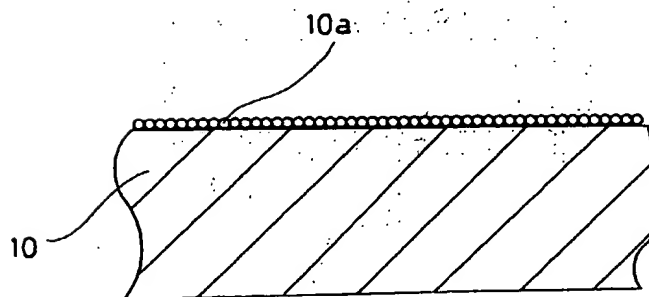
10...基体

3 2…発振器

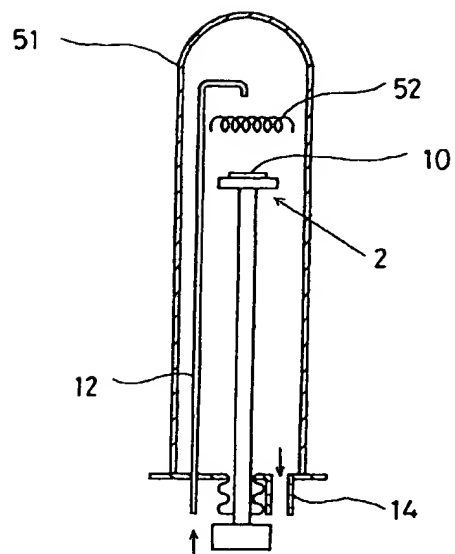
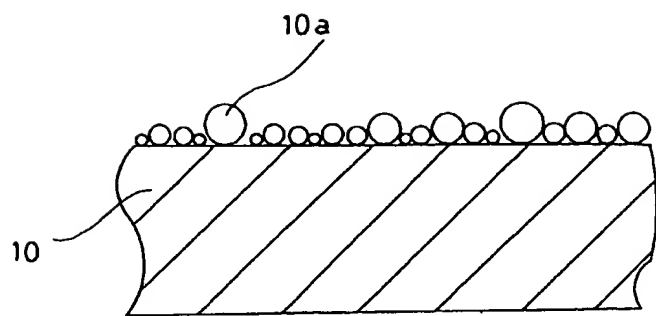
第 2 図



第 3 図

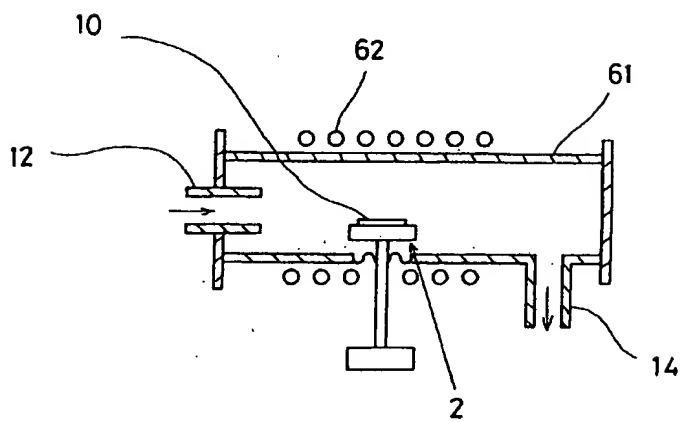


第 5 図



5 2…熱電子放射材

第 6 図



6 2…高周波コイル